

⑫ 公開特許公報(A) 平3-209156

⑤Int.Cl.⁵
G 01 N 23/223識別記号 庁内整理番号
7172-2G

⑬公開 平成3年(1991)9月12日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑭発明の名称 蛍光X線分析装置及び複合人工多層膜体

⑮特 願 平2-3353

⑯出 願 平2(1990)1月12日

⑰発 明 者 須 藤 正 昭 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜
事業所内

⑱出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

⑲代 理 人 弁理士 則近 憲佑 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

蛍光X線分析装置及び複合人工多層膜体

2. 特許請求の範囲

(1) 1次X線を出射するX線管と、このX線管からの1次X線を入射する位置にて試料を保持する試料保持部と、互いに異なる波長領域のX線を選択的に反射する複数の狭帯域人工多層膜が並設されてなり上試料保持部に保持された試料に上記1次X線が入射することにより出射した蛍光X線を入射してモノクロ化する複合人工多層膜体と、この複合人工多層膜体にてモノクロ化されたX線を入射して入射量に対応した大きさの電気信号に変換するX線検出器と、上記複合人工多層膜体を移動自在に保持し上記蛍光X線の入射位置が特定の上記狭帯域人工多層膜上となるように調整する駆動手段とを具備することを特徴とする蛍光X線分析装置。

(2) 基板と、この基板上に形成され且つ互いに異なる波長領域のX線を選択的に反射する複数

の狭帯域人工多層膜が並設されてなる複合人工多層膜体とを具備することを特徴とする複合人工多層膜体。

3. 発明の詳細な説明

[発明の目的]

(産業上の利用分野)

本発明は、元素の定性・定量分析を行うための蛍光X線分析装置及び複合人工多層膜体に関する。

(従来技術)

一般に、蛍光X線分析法は、第4図に示すように、X線管(A)からX線(B)を照射し、試料(C)の成分元素から放出される蛍光X線(D)を単結晶(E)を利用して分光し、元素の定性・定量分析を行う分析法である。その際、分光用の単結晶(E)の格子面間隔dと測角器(F)により測定された回折角θからX線の波長λがわかる。また、検出器(G)としては、シンチレーション計数管やガスフロー型比例計数管が用いられる。

(発明が解決しようとする課題)

ところで、フッ素 (F)、酸素 (O)、炭素 (C) などの軽元素の蛍光 X 線波長は、比較的長い波長 (5 ~ 100 Å) であり、これらの蛍光 X 線の分光には人工多層膜がよく用いられる。ここで、格子面間隔 d の人工多層膜は、特定波長 λ の X 線を角度 θ 方向にブラッグ (Bragg) の式;

$$m\lambda = 2d \sin \theta \quad (m: \text{次数})$$
により分光できる物である。

しかしながら、このような人工多層膜は、次のような問題を有している。すなわち、①反射強度が弱い。とくに、フッ素などの元素の蛍光 X 線は、微弱なものであるため、この検出強度を高くするには、分子素子の反射強度を高めることが必要である。②半値幅が広い。たとえば、ナトリウム (Na) とマグネシウム (Mg) は、蛍光 X 線波長が、近接 (Na: $\lambda = 11.9 \text{ Å}$, Mg: $\lambda = 9.9 \text{ Å}$) しており、半値幅が大きいと、両者の識別が困難となるので、できるだけ半値幅は小さくするのが好ましい。そのため、従来の蛍光 X 線分析装置は、広帯域用のものとしては必ずしも

適していなかった。

本発明は、上記事情に着目してなされたもので、分光素子における蛍光 X 線の反射強度を高め、かつ、その半値幅を小さくすることによって、高い蛍光 X 線分光性能を持つ蛍光 X 線分析装置を提供することを目的とする。

[発明の構成]

(課題を解決するための手段と作用)

本発明の蛍光 X 線分析装置は、互いに異なる波長領域の X 線を選択的に反射する複数の狭帯域人工多層膜が組合わされてなる複合人工多層膜体を用いているようにしたもので、反射強度及び半値幅が向上する結果、検出強度及び波長分解能が高まり、測定精度と信頼性の改善を図ることができる。

一方、本発明の複合人工多層膜体は、互いに異なる波長領域の X 線を選択的に反射する複数の狭帯域人工多層膜が組合わされてなるもので、反射強度及び半値幅が向上する結果、これを利用する各種測定機器の検出強度及び波長分解能が高ま

り、測定精度と信頼性の改善を図ることができる。

(実施例)

以下、本発明の一実施例を図面を参照して詳述する。

第 1 図は、この実施例の蛍光 X 線分析装置を示している。この蛍光 X 線分析装置は、1 次 X 線 (2) を出射する X 線管 (1) と、この X 線管 (1) からの 1 次 X 線 (2) を入射する位置に設けられ試料 (3) を保持する試料保持部 (4) と、この試料保持部 (4) に保持された試料 (3) にて出射した蛍光 X 線 (5) を入射する位置に配設されたソーラースリット (6) と、このソーラースリット (6) を通過した蛍光 X 線 (5) を入射する位置に設けられた複合人工多層膜体 (7) と、この複合人工多層膜体 (7) にてモノクロ化された X 線 (8) を入射して入射量に対応した大きさの電気信号に変換する X 線検出器 (9) と、この X 線検出器 (9) を一体的に保持し X 線 (8) の複合人工多層膜体 (7) における回折角 θ を測定するために矢印 (10) 方向に回動自在に設けられた測角器 (11) と、この測角器 (11) 上に一体

的に載置され且つ複合人工多層膜体 (7) を矢印 (12) 方向に移動自在に保持する第 1 駆動機構 (13) と、上記測角器 (11) を所定量回動させる第 2 駆動機構 (14) と、X 線検出器 (9) 及び第 1 及び第 2 移動機構 (13), (14) に電気的に接続された制御装置 (15) とからなり、これらは、図示せぬ筐体に収納され、この筐体内は真空に保持されるようになっている。しかして、複合人工多層膜体 (7) は、第 2 図に示すように、超研磨加工された基板 (16) と、基板 (16) 上に形成された成膜部 (17) とからなっている。そして、この成膜部 (17) は、第 1 乃至第 3 多層膜 (18), (19), (20) が矢印 (12) 方向に並設されてなっている。上記第 1 多層膜 (18) は、互いに複素屈折率の異なる物質 (A) <例えばタングステン (W)> と物質 (B) <例えば炭素 (C)> からなる物質対 (C) が積層されてなるもので、膜厚 d_A , d_B はそれぞれ 1.5 nm , 2.5 nm である。また、上記第 2 多層膜 (19) は、互いに複素屈折率の異なる物質 (D) <例えばニッケル (Ni)> と物質 (E) <例えば炭素 (C)> からなる物質対 (F) が積

屈されてなるもので、膜厚 d_o 、 d_r はそれぞれ 2.0 nm、3.0 nm である。さらに、上記第 3 多層膜 (20) は、互いに複素屈折率の異なる物質 (G) <例えば金 (Au)> と物質 (H) <例えば炭素 (C)> からなる物質対 (I) が積層されてなるもので、膜厚 d_o 、 d_u はそれぞれ 2.5 nm、3.5 nm である。これら物質対 (C)、(F)、(I) の種類及びその膜厚 d_1 ($=d_a + d_o$)、 d_2 ($=d_o + d_r$)、 d_3 ($=d_o + d_u$) は、特定の波長 λ_1 、 λ_2 、 λ_3 に対してのみ高い反射率を示すように選択・設計されている。したがって、この複合人工多層膜体 (7) は、すべて狭帯域反射鏡をなしている。さらに、第 1 駆動機構 (13) は、複合人工多層膜体 (7) を保持するステージ (21) と、このステージ (21) を矢印 (12) 方向に移動自在に保持する送りねじ (22) と、この送りねじ (22) を回転駆動するモータ (23) とからなっている。そして、モータ (23) は、前記制御装置 (15) からの制御信号 SC により正逆方向に回転するようになっている。また、この制御装置 (15) は、X 線検出器

(9) から出力された電気信号 SD を入力して、第 1 乃至第 3 多層膜 (18)、(19)、(20) のうちから X 線検出器 (9) に入力した X 線 (8) の強度が最も強くなる多層膜を選択するようになっている。さらに、制御装置 (15) は、電気信号 SR を第 2 駆動機構 (14) に印加して測角器 (11) を所定量回転させるように設けられている。

つぎに、この実施例の蛍光 X 線分析装置の作動について述べる。

まず、試料 (3) を試料保持部 (4) に保持させる。つぎに、前記筐体内の真空引きを行った後、制御装置 (15) から電気信号 SR を第 2 駆動機構 (14) に印加して測角器 (11) を回転させ、複合人工多層膜体 (7) における回折角 θ を設定する。つづいて、X 線管 (1) から 1 次 X 線 (2) を出射させる。すると、この 1 次 X 線 (2) は、試料保持部 (4) に保持された試料 (3) に入射する。その結果、1 次 X 線 (2) を入射した試料 (3) からは、蛍光 X 線 (5) が出射される。さらに、この蛍光 X 線 (5) は、ソーラースリット (6) を経由して、ステージ (21)

に保持された複合人工多層膜体 (7) に入射する。すると、この複合人工多層膜体 (7) に入射した蛍光 X 線 (5) は、前記ブラッグの式： $m\lambda = 2d \sin \theta$ (m ：次数) に従って分光する。その結果、複合人工多層膜体 (7) からは、モノクロ化された特定波長の X 線 (8) が X 線検出器 (9) に入射する。その結果、この X 線検出器 (9) からは、X 線 (8) の入射量に対応した大きさの電気信号 SD が制御装置 (15) に出力される。しかして、この制御装置 (15) には、制御信号 SC がモータ (23) に印加され送りねじ (22) の回転に従ってステージ (21) が矢印 (12) 方向に移動する。その結果、蛍光 X 線 (5) の入射位置は、第 1 乃至第 3 多層膜 (18)、(19)、(20) の順で変化する。このとき、各多層膜 (18)、(19)、(20) におけるモノクロ化された特定波長の X 線 (8) の入射量に対応する電気信号 SD が制御装置 (15) に出力される。そこで、制御装置 (15) には、第 3 図の波長と検出感度との関係を示すグラフ中における実線で示すように、半値幅 $\Delta\lambda$ が最も小さくなる多層膜に蛍光 X 線 (5) が入射するように

制御信号 SC をモータ (23) に印加する。つまり、X 線 (8) が、波長 λ_1 の場合は第 1 多層膜 (18) が選択され、波長 λ_2 の場合は第 2 多層膜 (19) が選択され、波長 λ_3 の場合は第 3 多層膜 (20) が選択される。なお、第 3 図の破線は、従来の多層膜を用いた場合の波長と検出感度との関係を示すもので、この実施例の複合人工多層膜体 (7) を用いた場合に比べて、半値幅が格段に大きいのが特徴である。かくして、制御装置 (15) にて自動選択された第 1 乃至第 3 多層膜 (18)、(19)、(20) からの X 線 (8) に基づいて当該試料 (3) の元素分析を行う。

以上のように、この実施例の蛍光 X 線分析装置は、互いに異なる波長領域の X 線を選択的に反射する複数の狭帯域人工多層膜が組合わされてなる複合人工多層膜体 (7) を用いているので、反射強度及び半値幅が向上する結果、検出強度及び波長分解能が高まり、測定精度と信頼性の改善を図ることができる。したがって、従来、検出強度の弱いとされていた元素、例えばフッ素 (F)、酸素 (O)、炭素 (C) などに対しても有効となる。

なお、上記実施例における複合人工多層膜体の多層膜の数は、三つに限ることなく、例えば四つ以上でもよい。また、複合人工多層膜体は、一方向に配列することなく、二次元的に配設してもよい。さらに、第1駆動機構(13)は、測角器(11)に一体的に取付けることなく、独立して設けてもよい。

さらに、本発明の複合人工多層膜体は、蛍光X線分析装置以外にも、分光を目的とするあらゆる装置に適用可能である。

[発明の効果]

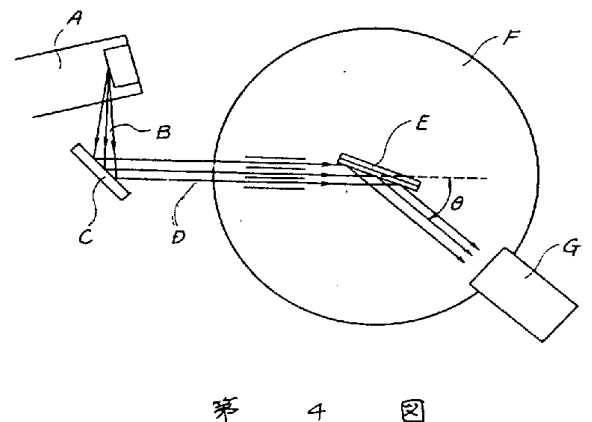
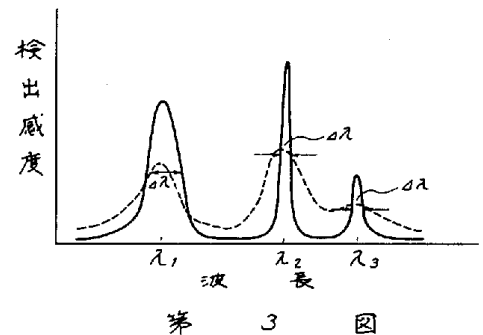
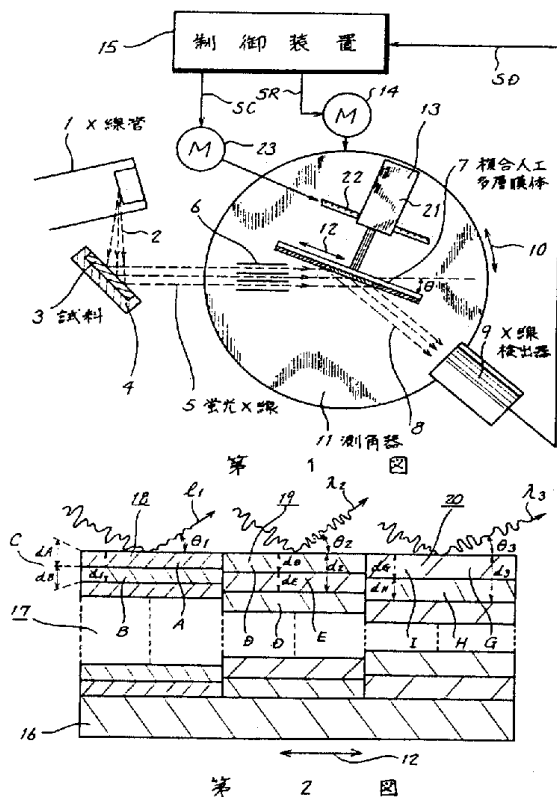
本発明の蛍光X線分析装置は、互いに異なる波長領域のX線を選択的に反射する複数の狭帯域人工多層膜が組合わされてなる複合人工多層膜体を用いているので、反射強度及び半値幅が向上する結果、検出強度及び波長分解能が高まり、測定精度と信頼性の改善を図ることができる。したがって、従来、検出強度の弱いとされていた元素、例えばフッ素(F)、酸素(O)、炭素(C)などに対しても有効となる。

一方、本発明の複合人工多層膜体は、互いに異なる波長領域のX線を選択的に反射する複数の狭帯域人工多層膜が組合わされてなるもので、反射強度及び半値幅が向上する結果、これを利用する各種測定機器の検出強度及び波長分解能が高まり、測定精度と信頼性の改善を図ることができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例の蛍光X線分析装置の構成図、第2図は本発明の一実施例の複合人工多層膜体の構成図、第3図は第1図は本発明の一実施例の蛍光X線分析装置の作動説明図、第4図は従来技術の説明図である。

- (1) : X線管, (2) : 1次X線, (3) : 試料,
(4) : 試料保持部, (5) : 蛍光X線,
(7) : 複合人工多層膜体, (9) : X線検出器,
(13) : 第1駆動機構(駆動手段)。



PAT-NO: JP403209156A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03209156 A
TITLE: FLUORESCENT X-RAY ANALYSIS
APPARATUS AND COMPOSITE
ARTIFICIAL MULTILAYERED FILM
BODY
PUBN-DATE: September 12, 1991

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SUDO, MASA AKI	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TOSHIBA CORP	N/A

APPL-NO: JP02003353
APPL-DATE: January 12, 1990

INT-CL (IPC): G01N023/223

US-CL-CURRENT: 378/44

ABSTRACT:

PURPOSE: To improve the reflection intensity and half-amplitude level of fluorescent X-rays by utilizing the phenomenon that the composite artificial multilayered film body selectively reflects the X-rays of the wavelength regions varying from each other.

CONSTITUTION: The composite artificial multilayered film body 7 consists of a substrate 16 subjected to super polishing and a film forming part 17. The film forming part 17 has the multilayered films 18, 19, 20. A sample 3 is first held and the interior of a casing is evacuated. A controller 15 impresses a signal SR to a driving mechanism 14 to turn an angle measuring instrument 11 and sets a diffraction angle θ at the multilayered film body 7. The sample 3 emits the fluorescent X-rays 5 when an X-ray tube 1 makes primary X-rays 2 incident on the sample 3. The fluorescent X-rays 5 are made incident through a solar slit 6 on the multilayered film body 7 held on a stage 21 and are spectrally divided. The X-rays 8 of the specific wavelength converted to the monochromatic X-rays are made incident on an X-ray detector 9. The controller 15 monitors a signal SC and applies the signal to a motor 23 to move the stage 21 in an arrow 12 direction. The incident position of the fluorescent X-rays 5 is then changed in order of the films 18, 19, 20. The controller 15 can, therefore, select the multilayered films to minimize the half-amplitude level and make the element analysis of the sample 3 by the X-rays 8.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio